

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-047094

(43)Date of publication of application : 12.02.2002

(51)Int.Cl.

C30B 29/06
C30B 15/14
C30B 33/02
H01L 21/208

(21)Application number : 2000-230851

(71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS SILICON CORP

(22)Date of filing : 31.07.2000

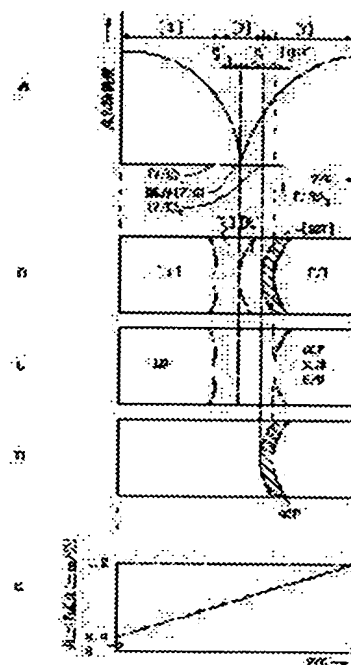
(72)Inventor : FURUKAWA JUN
TANAKA HIDEO
NAKADA YUJI

(54) SILICON SINGLE CRYSTAL PULLING-UP METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an ingot having no point defect agglomerates and exhibiting intrinsic gettering(IG) effect when formed into a wafer.

SOLUTION: When a region of less than the lowest interstitial silicon concentration capable of forming an interstitial-type large dislocation, which is adjacent to a region [I] having interstitial silicon point defects dominantly therein and also belongs to a perfect region [P] having no point defect agglomerate, is defined as [PI], and further, a region which is adjacent to a region [V] having vacancy point defects dominantly therein, belongs to the above region [P] and is less than a vacancy concentration capable of forming COP(crystal originated particles) or FPD(flow pattern defects), is defined as [PV], a silicon single crystal ingot which comprises both regions [PI] and [PV] and of which an oxygen concentration is 1.4×10^{18} atoms/cm³ or more (by the former ASTM) is heated and kept at a temperature of 600–500° C for 2–50 hr at the point of time when the temperature of the silicon single crystal ingot is lowered to a prescribed level within the rang of 1,000–600° C due to the pulling-up to obtain the objective ingot.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

03.07.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-47094

(P2002-47094A)

(43) 公開日 平成14年2月12日 (2002.2.12)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 3 0 B 29/06	5 0 2	C 3 0 B 29/06	5 0 2 E 4 G 0 7 7
15/14		15/14	5 F 0 5 3
33/02		33/02	
H 0 1 L 21/208		H 0 1 L 21/208	P

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2000-230851 (P2000-230851)

(22) 出願日 平成12年7月31日 (2000.7.31)

(71) 出願人 000228925

三菱マテリアルシリコン株式会社

東京都千代田区大手町一丁目5番1号

(72) 発明者 古川 純

東京都千代田区大手町1丁目5番1号 三

菱マテリアルシリコン株式会社内

(72) 発明者 田中 英夫

埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱

マテリアル株式会社シリコン研究センター

内

(74) 代理人 100085372

弁理士 須田 正義

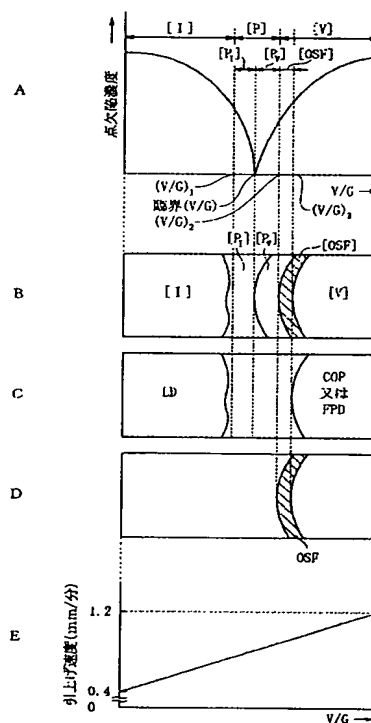
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶の引上げ方法

(57) 【要約】

【課題】 点欠陥の凝集体が存在しないことに加えて、シリコンウェーハにした場合に I G 効果を有するインゴットを得る。

【解決手段】 格子間シリコン型点欠陥が支配的に存在する領域 [I] に隣接しかつ点欠陥の凝集体が存在しないパーフェクト領域 [P] に属し侵入型転位を形成し得る最低の格子間シリコン濃度未満の領域を [P_I] とし、空孔型点欠陥が支配的に存在する領域 [V] に隣接しかつ前記領域 [P] に属し C O P 又は F P D を形成し得る空孔濃度以下の領域を [P_V] とするとき、領域 [P_V] 及び領域 [P_I] の双方からなりかつ酸素濃度が $1.4 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧 A S T M) 以上であって、引上げにより前記シリコン単結晶インゴットの温度が $1000 \sim 600^\circ\text{C}$ の温度範囲内の所定温度まで降下した時点で前記シリコン単結晶インゴットを加熱してその温度を $600 \sim 500^\circ\text{C}$ で $2 \sim 50$ 時間維持する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリコン単結晶インゴット内での格子間シリコン型点欠陥が支配的に存在する領域を〔I〕とし、空孔型点欠陥が支配的に存在する領域を〔V〕とし、格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体が存在しないパーフェクト領域を〔P〕とするとき、

前記パーフェクト領域〔P〕からなるシリコン単結晶インゴットを引上げる方法において、

前記領域〔I〕に隣接しかつ前記パーフェクト領域

〔P〕に属し侵入型転位を形成し得る最低の格子間シリコン濃度未満の領域を〔Pi〕とし、前記領域〔V〕に隣接しかつ前記パーフェクト領域〔P〕に属しCOP又はFPDを形成し得る空孔濃度以下の領域を〔Pv〕とするとき、

前記シリコン単結晶インゴットは前記領域〔Pv〕及び領域〔Pi〕の双方からなりかつ酸素濃度が $1.4 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM) 以上であって、引上げにより前記シリコン単結晶インゴットの温度が1000～600℃の温度範囲内の所定温度まで降下した時点で前記シリコン単結晶インゴットを加熱してその温度を600～500℃で2～50時間維持することを特徴とするシリコン単結晶の引上げ方法。

【請求項2】 シリコン単結晶インゴット内での格子間シリコン型点欠陥が支配的に存在する領域を〔I〕とし、空孔型点欠陥が支配的に存在する領域を〔V〕とし、格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体が存在しないパーフェクト領域を〔P〕とするとき、

前記パーフェクト領域〔P〕からなるシリコン単結晶インゴットを引上げる方法において、

前記領域〔I〕に隣接しかつ前記パーフェクト領域

〔P〕に属し侵入型転位を形成し得る最低の格子間シリコン濃度未満の領域を〔Pi〕とし、前記領域〔V〕に隣接しかつ前記パーフェクト領域〔P〕に属しCOP又はFPDを形成し得る空孔濃度以下の領域を〔Pv〕とするとき、

前記シリコン単結晶インゴットは前記領域〔Pv〕及び領域〔Pi〕の双方からなりかつ酸素濃度が $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM) であって、

引上げにより前記シリコン単結晶インゴットの温度が1000～600℃の温度範囲内の所定温度まで降下した時点で前記シリコン単結晶インゴットを加熱してその温度を600～500℃で20～50時間維持することを特徴とするシリコン単結晶の引上げ方法。

【請求項3】 シリコン単結晶インゴット内での格子間シリコン型点欠陥が支配的に存在する領域を〔I〕とし、空孔型点欠陥が支配的に存在する領域を〔V〕とし、格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥

の凝集体が存在しないパーフェクト領域を〔P〕とするとき、

前記パーフェクト領域〔P〕からなるシリコン単結晶インゴットを引上げる方法において、

前記領域〔I〕に隣接しかつ前記パーフェクト領域

〔P〕に属し侵入型転位を形成し得る最低の格子間シリコン濃度未満の領域を〔Pi〕とするとき、

前記シリコン単結晶インゴットは前記領域〔Pi〕のみからなりかつ酸素濃度が $1.4 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM) 以上であって、

引上げにより前記シリコン単結晶インゴットの温度が1000～600℃の温度範囲内の所定温度まで降下した時点で前記シリコン単結晶インゴットを加熱してその温度を600℃で20～50時間又は500℃で6～50時間維持することを特徴とするシリコン単結晶の引上げ方法。

【請求項4】 シリコン単結晶インゴット内での格子間シリコン型点欠陥が支配的に存在する領域を〔I〕とし、空孔型点欠陥が支配的に存在する領域を〔V〕とし、格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体が存在しないパーフェクト領域を〔P〕とするとき、

前記パーフェクト領域〔P〕からなるシリコン単結晶インゴットを引上げる方法において、

前記領域〔I〕に隣接しかつ前記パーフェクト領域

〔P〕に属し侵入型転位を形成し得る最低の格子間シリコン濃度未満の領域を〔Pi〕とするとき、

前記シリコン単結晶インゴットは前記領域〔Pi〕のみからなりかつ酸素濃度が $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM) 以上であって、

引上げにより前記シリコン単結晶インゴットの温度が1000～600℃の温度範囲内の所定温度まで降下した時点で前記シリコン単結晶インゴットを加熱してその温度を500℃で50時間維持することを特徴とするシリコン単結晶の引上げ方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、チョクラルスキー法（以下、CZ法という。）により点欠陥の凝集体が存在しないシリコン単結晶を製造する方法に関する。更に詳しくは、イントリンシックゲッタリング（以下、IG）源を有するシリコン単結晶の引上げ方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、半導体集積回路を製造する工程において、歩留りを低下させる原因として酸化誘起積層欠陥（Oxidation Induced Stacking Fault、以下、OSFという。）の核となる酸素析出物の微小欠陥や、結晶に起因したパーティクル（Crystal Originated Particle、以下、COPという。）や、或いは侵入型転位（Int

erstitial-type Large Dislocation、以下、LDという。)の存在が挙げられている。OSFは、結晶成長時にその核となる微小欠陥が導入され、半導体デバイスを製造する際の熱酸化工程等で顕在化し、作製したデバイスのリーク電流の増加等の不良原因になる。またCOPは、鏡面研磨後のシリコンウェーハをアンモニアと過酸化水素の混合液で洗浄したときにウェーハ表面に出現する結晶に起因したピットである。このウェーハをパーティクルカウンタで測定すると、このピットも本来のパーティクルとともに光散乱欠陥として検出される。このCOPは電気的特性、例えば酸化膜の経時絶縁破壊特性 (Time Dependent dielectric Breakdown、TDDB)、酸化膜耐圧特性 (Time Zero Dielectric Breakdown、TZDB) 等を劣化させる原因となる。またCOPがウェーハ表面に存在するとデバイスの配線工程において段差を生じ、断線の原因となり得る。そして素子分離部分においてもリーク等の原因となり、製品の歩留りを低くする。更にLDは、転位クラスタとも呼ばれたり、或いはこの欠陥を生じたシリコンウェーハをフッ酸を主成分とする選択エッチング液に浸漬するとピットを生じることから転位ピットとも呼ばれる。このLDも、電気的特性、例えばリーク特性、アイソレーション特性等を劣化させる原因となる。

【0003】以上のことから、半導体集積回路を製造するために用いられるシリコンウェーハからOSF、COP及びLDを減少させることが必要となっている。このOSF、COP及びLDを有しない無欠陥のシリコンインゴットの製造方法が特開平11-1393号公報に開示されている。この無欠陥のシリコンインゴットは、インゴット内での空孔型点欠陥の凝集体及び格子間シリコン型点欠陥の凝集体がそれぞれ存在しないパーフェクト領域[P]からなる。パーフェクト領域[P]は、格子間シリコン型点欠陥が支配的に存在する領域[I]と、シリコン単結晶インゴット内で空孔型点欠陥が支配的に存在する領域[V]との間に介在する。このパーフェクト領域[P]からなるシリコンウェーハは、インゴットの引上げ速度をV(mm/分)とし、シリコン融液とインゴットとの界面近傍におけるインゴット鉛直方向の温度勾配をG(°C/mm)とすると、熱酸化処理をした際にリング状に発生するOSFがウェーハ中心部で消滅するように、 V/G (mm²/分・°C)の値を決めて作られる。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】一方、半導体デバイスメーカーの中には、OSF、COP及びLDを有しない上に、デバイス工程で生じる金属汚染をゲッタリングする能力を有するシリコンウェーハを求める場合がある。ゲッタリング能力が十分に備わっていないウェーハでは、デバイス工程で金属により汚染されると、接合リークや、金属不純物によるトラップ準位によるデバイスの

動作不良等を生じ、これにより製品の歩留りが低下する。上記パーフェクト領域[P]からなるインゴットから切出されたシリコンウェーハは、OSF、COP及びLDを有しないけれども、デバイス工程の熱処理において、必ずしもウェーハ面内で均一に酸素析出が起らず、これによりIG効果が十分に得られない場合がある。

【0005】本発明の目的は、領域[Pv]及び領域[Pi]の双方からなるインゴット又は領域[Pi]のみからなるインゴットであっても、ウェーハにした場合にIG効果が得られ、かつ点欠陥の凝集体の存在しないシリコン単結晶の引上げ方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】請求項1に係る発明は、シリコン単結晶インゴット内での格子間シリコン型点欠陥が支配的に存在する領域を[I]とし、空孔型点欠陥が支配的に存在する領域を[V]とし、格子間シリコン型点欠陥の凝集体及び空孔型点欠陥の凝集体が存在しないパーフェクト領域[P]とすると、パーフェクト領域[P]からなるシリコン単結晶インゴットを引上げる方法の改良である。その特徴ある構成は、上記領域[I]に隣接しかつ上記パーフェクト領域[P]に属し侵入型転位を形成し得る最低の格子間シリコン濃度未満の領域を[Pi]とすると、上記領域[Pv]及び領域[Pi]の双方からなりかつ酸素濃度が 1.4×10^{18} atoms/cm³ (旧ASTM) 以上であって、引上げによりシリコン単結晶インゴットの温度が1000～600°Cの温度範囲内の所定温度まで降下した時点でシリコン単結晶インゴットを加熱してその温度を600～500°Cで2～50時間維持することにある。請求項2に係る発明の特徴ある構成は、上記領域[Pv]及び領域[Pi]の双方からなりかつ酸素濃度が $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18}$ atoms/cm³ (旧ASTM) 以上であって、引上げによりシリコン単結晶インゴットの温度が1000～600°Cの温度範囲内の所定温度まで降下した時点でシリコン単結晶インゴットを加熱してその温度を600～500°Cで20～50時間維持することにある。

【0007】請求項3に係る発明の特徴ある構成は、上記領域[Pi]のみからなりかつ酸素濃度が 1.4×10^{18} atoms/cm³ (旧ASTM) 以上であって、引上げによりシリコン単結晶インゴットの温度が1000～600°Cの温度範囲内の所定温度まで降下した時点でシリコン単結晶インゴットを加熱してその温度を600°Cで20～50時間又は500°Cで6～50時間維持することにある。請求項4に係る発明の特徴ある構成は、上記領域[Pi]のみからなりかつ酸素濃度が $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18}$ atoms/cm³ (旧ASTM) 以上であって、引上げによりシリコン単結晶インゴットの温度が1000～600°Cの温度範囲内の所定温度まで降下した時点でシリコン単結晶インゴットを加熱して

その温度を500℃で50時間維持することにある。

【0008】請求項1～4に係る発明では、インゴットが領域[Pv]及び領域[Pi]の双方からなるとき、或いは領域[Pi]のみからなるときに、インゴットの酸素濃度が所定の濃度範囲にあって、引上げ中のインゴットを上記条件で加熱すると、インゴットの状態で所定密度以上の酸素析出核が発現する。この熱処理したインゴットからシリコンウェーハを切出し、このウェーハを半導体デバイスメーカーのデバイス製造工程で熱処理すると、上記酸素析出核が酸素析出物(Bulk MicroDefect、以下、BMDという。)に成長し、領域[Pv]及び領域[Pi]の双方からなるウェーハ又は領域[Pi]のみからなるウェーハであっても、ウェーハ全面にIG効果を有するようになる。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明のシリコン単結晶インゴットは、CZ法によりホットゾーン炉内のシリコン融液からボロンコフ(Voronkov)の理論に基づいた所定の速度プロファイルで引上げて製造される。一般的に、CZ法によりホットゾーン炉内のシリコン融液からシリコン単結晶のインゴットを引上げたときには、シリコン単結晶における欠陥として、点欠陥(point defect)と点欠陥の凝集体(agglomerates:三次元欠陥)が発生する。点欠陥は空孔型点欠陥と格子間シリコン型点欠陥という二つの一般的な形態がある。空孔型点欠陥は一つのシリコン原子がシリコン結晶格子で正常的な位置の一つから離脱したものである。このような空孔が空孔型点欠陥になる。一方、原子がシリコン結晶の格子点以外の位置(インターstitial site)で発見されるとこれが格子間シリコン点欠陥になる。

【0010】点欠陥は一般的にシリコン融液(溶融シリコン)とインゴット(固状シリコン)の間の接触面で導入される。しかし、インゴットを継続的に引上げることによって接触面であった部分は引上げとともに冷却し始める。冷却の間、空孔型点欠陥又は格子間シリコン型点欠陥は拡散により互いに合併して、空孔型点欠陥の凝集体(vacancy agglomerates)又は格子間シリコン型点欠陥の凝集体(interstitial agglomerates)が形成される。言い換えれば、凝集体は点欠陥の合併に起因して発生する三次元構造である。空孔型点欠陥の凝集体は前述したCOPの他に、LSTD(Laser Scattering Tomograph Defects)又はFPD(Flow Pattern Defects)と呼ばれる欠陥を含み、格子間シリコン型点欠陥の凝集体は前述したLDと呼ばれる欠陥を含む。FPDとは、インゴットをスライスして作製されたシリコンウェーハを30分間無攪拌にてセコエッチング(Secco etching、 $K_2C_2O_7$:50%HF:純水=44g:2000cc:1000cc)の混合液によるエッチングしたときに現れる特異なフローパターンを呈する痕跡の源であり、LSTDとは、シリコン単結晶内に赤外線を照射したときにシリコンと

は異なる屈折率を有し散乱光を発生する源である。

【0011】ボロンコフの理論は、欠陥の数が少ない高純度インゴットを成長させるために、インゴットの引上げ速度をV(mm/分)、インゴットとシリコン融液の界面近傍のインゴット中の温度勾配をG(℃/mm)とすると、 V/G (mm²/分・℃)を制御することである。この理論では、図1Aに示すように、 V/G をよこ軸にとり、空孔型点欠陥濃度と格子間シリコン型点欠陥濃度を同一のたて軸にとって、 V/G と点欠陥濃度との関係を図式的に表現し、空孔領域と格子間シリコン領域の境界が V/G によって決定されることを説明している。より詳しくは、 V/G 比が臨界点以上では空孔型点欠陥濃度が優勢なインゴットが形成される反面、 V/G 比が臨界点以下では格子間シリコン型点欠陥濃度が優勢なインゴットが形成される。図1Aにおいて、[I]は格子間シリコン型点欠陥が支配的であって、格子間シリコン型点欠陥が存在する領域($(V/G)_1$ 以下)を示し、[V]はインゴット内での空孔型点欠陥が支配的であって、空孔型点欠陥の凝集体が存在する領域($(V/G)_2$ 以上)を示し、[P]は空孔型点欠陥の凝集体及び格子間シリコン型点欠陥の凝集体が存在しないパーフェクト領域($(V/G)_1 \sim (V/G)_2$)を示す。領域[P]に隣接する領域[V]にはOSF核を形成する領域[OSF]($(V/G)_2 \sim (V/G)_3$)が存在する。

【0012】このパーフェクト領域[P]は更に領域[Pi]と領域[Pv]に分類される。[Pi]は V/G 比が上記 $(V/G)_1$ から臨界点までの領域であり、

[Pv]は V/G 比が臨界点から上記 $(V/G)_2$ までの領域である。即ち、[Pi]は領域[I]に隣接し、かつ侵入型転位を形成し得る最低の格子間シリコン型点欠陥濃度未満の格子間シリコン型点欠陥濃度を有する領域であり、[Pv]は領域[V]に隣接し、かつOSFを形成し得る最低の空孔型点欠陥濃度未満の空孔型点欠陥濃度を有する領域である。

【0013】この実施の形態における所定の引上げ速度プロファイルは、インゴットがホットゾーン炉内のシリコン溶融物から引上げられる時、温度勾配に対する引上げ速度の比(V/G)が格子間シリコン型点欠陥の凝集体の発生を防止する($V/G)_1$ 以上であって、空孔型点欠陥の凝集体をインゴットの中央にある空孔型点欠陥が支配的に存在する領域内に制限する($V/G)_2$ 以下に維持されるように決められる。

【0014】この引上げ速度のプロファイルは、実験的に基準インゴットを軸方向にスライスすることで、又はこれらの技術を組合わせることで、シミュレーションによって上記ボロンコフの理論に基づき決定される。即ち、この決定は、シミュレーションの後に、軸方向にスライスしたインゴットを横断方向にスライスしてウェーハ状態で確認し、更にシミュレーションを繰り返すことによりなされる。シミュレーションのために複数種類の

引上げ速度が所定の範囲で決められ、複数の基準インゴットが成長される。即ち、図1Eに示すように引上げ速度を1.2mm/分から0.4mm/分まで徐々に低下させてV/Gを連続的に低下させたときのインゴットの断面図を図1B、図1C及び図1Dにそれぞれ示す。各図の横軸はそれぞれ図1Aの横軸(V/G)に対応して描かれている。図1Bは上記インゴットをN₂雰囲気下、1000℃、40時間熱処理した後のX線トポグラフによる概念図である。この図では引上げ速度を低下させるに従って領域[V]、領域[OSF]、領域

[Pv]、領域[Pi]及び領域[I]が現れる。図1Cは引上げ直後(as-grownの状態)の上記インゴットを30分間セコエッチングしたときの結晶の欠陥分布図である。この図では上記[V]に相当する領域にCOP、FPDが現れ、上記[I]に相当する領域にLDが現れる。更に図1Dは上記インゴットを湿潤O₂雰囲気下、1100℃、1時間熱処理した後、2分間セコエッチングしたときの結晶の欠陥分布図である。この図ではOSFが現れる。この実施の形態におけるV/Gは、インゴットが領域[Pv]及び領域[Pi]の双方からなるように、又は領域[Pi]のみからなるように設定される。

【0015】なお、COPやLDなどの点欠陥の凝集体は検出方法によって検出感度、検出下限値が異なる値を示すことがある。そのため、本明細書において、「点欠陥の凝集体が存在しない」の意味は、鏡面加工されたシリコン単結晶を無攪拌セコエッチングを施した後に光学顕微鏡により、観察面積とエッチング取り代との積を検査体積として観察した際に、フローパターン(空孔型欠陥)及び転位クラスタ(格子間シリコン型点欠陥)の各凝集体が $1 \times 10^{-3} \text{ cm}^3$ の検査体積に対して1個欠陥が検出された場合を検出下限値($1 \times 10^3 \text{ 個/cm}^3$)とすると、点欠陥の凝集体の数が上記検出下限値以下であることをいう。

【0016】シリコン単結晶インゴットを上記した所定のV/Gで引上げるための引上げ装置が図2～図4に示される。図示するようにシリコン単結晶引上げ装置10はチャンバ11を有する。このチャンバ11内には、シリコン融液12を貯留する石英つぼ13が設けられ、この石英つぼ13の外周面は黒鉛サセプタ14により被覆される。石英つぼ13の下面は上記黒鉛サセプタ14を介して支軸16の上端に固定され、この支軸16の下部は駆動手段17に接続される(図2)。駆動手段17は図示しないが石英つぼ13を回転させる第1回転用モータと、石英つぼ13を昇降させる昇降用モータとを有し、これらのモータにより石英つぼ13が所定の方向に回転し得るとともに、上下方向に移動可能となっている。石英つぼ13の外周面は石英つぼ13から所定の間隔をあけて第1ヒータ18により包囲され、この第1ヒータ18は保温筒19により包囲される。第1ヒータ18は石英つぼ13に投入され

た高純度のシリコン多結晶を加熱・溶融してシリコン融液にする。

【0017】またチャンバ11の上端には円筒状のケーシング21が接続される。このケーシング21には引上げ手段22が設けられる。引上げ手段22はケーシング21の上端部に水平状態で旋回可能に設けられた引上げヘッド(図示せず)と、このヘッドを回転させる第2回転用モータ(図示せず)と、ヘッドから石英つぼ13の回転中心に向って垂下されたワイヤケーブル22aと、上記ヘッド内に設けられワイヤケーブル22aを巻取り又は繰出す引上げ用モータ(図示せず)とを有する。ワイヤケーブル22aの下端にはシリコン融液12に浸してシリコン単結晶インゴット24を引上げるための種結晶23が取付けられる。

【0018】またシリコン単結晶インゴット24の外周面と石英つぼ13の内周面との間にはインゴット24の外周面を包囲する熱遮蔽部材26が設けられる(図2～図4)。この熱遮蔽部材26は、ヒータ18からの放射熱を遮る円筒状の筒部26aと、この筒部26aをその上縁で支持するフランジ部26bとを有する。上記フランジ部26bを保温筒19上に載置することにより、筒部26aの下縁がシリコン融液12表面から所定の距離だけ上方に位置するように熱遮蔽部材26がチャンバ11内に固定される。

【0019】また筒部26aの下縁には上方に向かうに従って直径が小さくなるコーン状の第1放熱抑制部材31が設けられ、筒部26aの下縁から連結部材33が垂下され、更に上方に向うに従って直径が小さくなるように形成されたコーン状の第2放熱抑制部材32が連結部材33の下端に取付けられる(図2～図4)。第2放熱抑制部材32は第1放熱抑制部材31から所定の間隔をあけて下方に設けられる。また熱遮蔽部材26の上方のチャンバ11内には引上げられてくるインゴット24を包囲するように冷却筒体34がその上部をケーシング21に取付けることにより設けられる。この冷却筒体34の上部内面には円筒状の第2ヒータ35が取付けられる。第2ヒータ35の下方の冷却筒体34の内部(冷却筒体34の壁内)には冷却流体が通る冷却通路34aが形成され、冷却筒体34の下部(チャンバ11内に突出する部分)には鉛直方向に延びるスリット34bが形成される(図2及び図3)。また冷却通路34aはスリット34bの内周縁から露出しないように冷却筒体34の内部(壁内)に蛇行して形成され(図3)、冷却通路34aには冷却水が通るように構成される。なお、上記スリット34bはチャンバ11外から引上げ中のインゴット24を視認するために形成される。

【0020】上記第1及び第2放熱抑制部材31、32の傾斜角 θ 、即ち第1及び第2放熱抑制部材31、32の下縁を含む水平面に対する第1及び第2放熱抑制部材31、32の傾斜角 θ は80度以下、好ましくは20～

60度の範囲内にそれぞれ設定される(図4)。上記熱遮蔽部材26、第1及び第2放熱抑制部材31、32はMo(モリブデン)、W(タングステン)、C(カーボン)により、或いは表面にSiCがコーティングされた黒鉛等により形成される。

【0021】更にチャンバ11にはこのチャンバ11のシリコン単結晶インゴット24側に不活性ガスを供給し、かつ上記不活性ガスをチャンバ11のつば内周面側から排出するガス給排手段36が接続される(図2)。ガス給排手段36は一端がケーシング21の周壁に接続され他端が上記不活性ガスを貯留するタンク(図示せず)に接続された供給パイプ36aと、一端がチャンバ11の下壁に接続され他端が真空ポンプ(図示せず)に接続された排出パイプ36bとを有する。供給パイプ36a及び排出パイプ36bにはこれらのパイプ36a、36bを流れる不活性ガスの流量を調整する第1及び第2流量調整弁36c、36dがそれぞれ設けられる。

【0022】引上げ用モータの出力軸(図示せず)にはロータリエンコーダ(図示せず)が設けられ、つば駆動手段17には石英つば13内のシリコン融液12の重量を検出する重量センサ(図示せず)と、支軸16の昇降位置を検出するリニアエンコーダ(図示せず)とが設けられる。ロータリエンコーダ、重量センサ及びリニアエンコーダの各検出出力はコントローラ(図示せず)の制御入力に接続され、コントローラの制御出力は引上げ手段22の引上げ用モータ及びつば駆動手段17の昇降用モータにそれぞれ接続される。またコントローラにはメモリ(図示せず)が設けられ、このメモリにはロータリエンコーダの検出出力に対するワイヤケーブル22aの巻取り長さ、即ちシリコン単結晶インゴット24の引上げ長さが第1マップとして記憶され、重量センサの検出出力に対する石英つば13内のシリコン融液12の液面レベルが第2マップとして記憶される。コントローラは重量センサの検出出力に基づいて石英つば13内のシリコン融液12の液面を常に一定のレベルに保つように、つば駆動手段17の昇降用モータを制御するように構成される。

【0023】図2に示された引上げ装置によりシリコン融液12から引上げられたインゴット24は、 $1.0 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM)以上の酸素濃度を有する。このインゴットとシリコン融液との固液界面付近では、高温のシリコン融液12からの輻射熱により第2放熱抑制部材32の温度が上昇するか、又はシリコン融液12からの輻射熱(図4の破線矢印で示す。)若しくはインゴット24からの放熱を第2放熱抑制部材32が反射することにより、インゴット24からの急激な放熱は抑制される(図4のaの部分)。この結果、インゴット24の外周部の急激な温度低下を阻止できるので、インゴット24内の引上げ方向の結晶温度勾配がその中心から外周面にわたって略均一になる。従って、イ

ンゴット24内の熱的ストレスの発生を抑制できるので、スリップ発生や有転位化が改善され、空孔型点欠陥又は格子間シリコン型点欠陥の径方向の面内の分布も均一になる。

【0024】インゴット24の第1及び第2放熱抑制部材31、32間の開放された部分では、ヒータ18からの輻射熱(図4の実線矢印で示す。)がインゴット24の外周面に照射されてインゴット24の外周部が保温され(図3のbの部分)、更に第1放熱抑制部材31により包囲された部分では、図4の一点鎖線矢印で示すように、高温のシリコン融液12からの輻射熱により第1放熱抑制部材31の温度が上昇するか、又はインゴット24からの放熱を第1放熱抑制部材31が反射することにより、インゴット24からの急激な放熱は抑制される(図3のcの部分)。この結果、固液界面付近での引上げ方向の結晶温度勾配の径方向分布の均一性が向上し、インゴット24内の点欠陥の坂道拡散、対消滅の反応時間を均一にでき、点欠陥の濃度を最適に制御できる。

【0025】また第1放熱抑制部材31より上方部分では、第1ヒータ18及びシリコン融液12からの輻射熱が第1放熱抑制部材31及び熱遮蔽部材26の筒部26aにより遮られてインゴット24に照射されず、しかも第1放熱抑制部材31より上方の冷却筒体34内の冷却通路34aを冷却水が通るので、インゴット24は急冷される(図4のdの部分)。この結果、この部分及びその下の部分でのインゴット24内の引上げ方向の温度勾配値を高くすることができる。

【0026】更に冷却筒体34により冷却されたインゴット24は、引上げられて第2ヒータ35の位置に到達すると、第2ヒータ34により加熱される。この第2ヒータ35の最下限の位置は、引上げられたインゴット24の温度が降下して所定温度になる位置である。この所定温度は1000~600℃の温度範囲内から選ばれる。600℃未満では高温で安定して酸素析出核が発現しにくく、1000℃を越えるとQSF核が発生するようになる。好ましくは900~600℃である。

【0027】次に第2ヒータ35の加熱条件は、引上げられてくるインゴットが上述した領域[Pv]及び領域[Pi]の双方からなるか、或いは領域[Pi]のみからなるかによって、またインゴット中に含まれる酸素濃度の多寡によって異なる。

(a) インゴットが図6の①に示す領域[Pv]及び領域[Pi]の双方からなり、その酸素濃度が $1.4 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM)以上である場合には、第2ヒータ35により600~500℃で2~50時間維持するように加熱する。

(b) インゴットが図6の①に示す領域[Pv]及び領域[Pi]の双方からなり、その酸素濃度が $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM)である場合には、第2ヒータ35により600~500℃で20

～50時間維持するように加熱する。

(c) インゴットが図6の②に示す領域[P_I]のみからなり、その酸素濃度が $1.4 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM)以上である場合には、第2ヒータ35により600℃で20～50時間又は500℃で6～50時間維持するように加熱する。

(d) インゴットが図6の②に示す領域[P_I]のみからなり、その酸素濃度が $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM)である場合には、第2ヒータ35により500℃で50時間維持するように加熱する。

【0028】インゴットの酸素濃度が低いほど、また領域[P_I]が多い程、酸素析出核は発生しにくい傾向がある。酸素析出核を生じにくい場合で、この酸素析出核を十分に発現させるためには、第2ヒータのパワーを調節することによりインゴットの温度を500℃～600℃にして、加熱時間を50時間程度にする。上記第2ヒータの加熱温度及び加熱維持時間がそれぞれ上記下限値未満では酸素析出核の発現が十分でなく、それぞれ上記上限値を越えても酸素析出核の発現密度は不変のため、上記のように決められる。

【0029】図5は領域[P_V]のみからなるインゴットを上げた場合のインゴット温度とシリコン融液面からの距離の関係を示す。図5の白丸のプロットで破線で示すように、第2ヒータ35を作動させない場合にはインゴットの温度は引上げ長とともに比較的速く低下するのに対して、図5の黒丸のプロットで示すように、この実施の形態の第2ヒータ35を作動させた場合には、引上げにより1000～600℃の温度範囲内の所定温度まで降下したインゴットの降温速度は緩められる。第2ヒータのパワーにより温度分布を変えることができる。例えばインゴットの酸素濃度が約 $1.5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM)であるときに、図5の符号Lで示すように、温度プロファイルを500℃の位置で結晶を6時間維持すると、チャンパ11の上部のこの比較的低温熱処理により、インゴットの状態です定密度以上の酸素析出核が発現する。図5の符号Hは、インゴットの温度が1050℃の位置で維持されるようにした温度プロファイルである。即ち、第2ヒータのパワーに応じてインゴットの維持温度を変えることができる。このように熱処理したインゴットからシリコンウェーハを切出し、このウェーハを半導体デバイスメーカーのデバイス製造工程で熱処理すると、上記酸素析出核がBMDに成長する。インゴットが領域[P_V]及び領域[P_I]の双方からなる場合も、或いは領域[P_I]のみからなる場合も、これらのインゴットから切出されたウェーハは、ウェーハ全面にIG効果を有するようになる。なお、BMD密度は、ウェーハ表面をライト(Wright)エッチング液で選択エッチングを行った後、ウェーハ表面から深さ250μmのところを光学顕微鏡で観察するこ

とにより測定され、IG効果を有するとされるBMD体積密度は、 $1 \times 10^8 \text{ 個/cm}^3$ 以上、好ましくは $1 \times 10^8 \text{ 個/cm}^3 \sim 1 \times 10^{11} \text{ 個/cm}^3$ である。

【0030】

【実施例】次に本発明の実施例を比較例とともに説明する。

<実施例1～8>図2に示すシリコン単結晶引上げ装置を用いて直径6インチのボロン(B)がドーブされたp型のシリコンインゴットを引上げた。このインゴットは直胴部の直径が6インチ、長さが600mm、結晶方位が(100)、抵抗率が $1 \sim 15 \Omega \text{ cm}$ 、酸素濃度が $1.4 \sim 1.5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM)であった。インゴットは、引上げ時のV/Gを $0.24 \text{ mm}^2/\text{分}^\circ\text{C}$ から $0.18 \text{ mm}^2/\text{分}^\circ\text{C}$ まで連続的に減少させるとともに、第2ヒータで加熱しながら表1に示す8通りの条件で育成し、各条件で2本ずつ育成した。第2ヒータによるインゴットの加熱は、引上げによりインゴットの温度が900℃まで降下した時点で、表1に示す8通りの条件で行った。2本育成したインゴットのうちの1本のインゴットは図6に示すように引上げ方向にインゴット中心を切断し、各領域の位置を調べ、別の1本から図6のライン①に示す部分からシリコンウェーハを切出し、試料とした。なお、図6は図1Bに対応する。この例では試料となるウェーハは、領域[P_V]及び領域[P_I]の双方からなる。

【0031】<比較例1～14>実施例1と同様に引上げたインゴットを第2ヒータで加熱しながら表1に示す14通りの条件で育成した。このインゴットの酸素濃度は $1.4 \sim 1.5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM)であり、実施例1と同じ位置である図6のライン①に示す部分から切出し、試料とした。この試料となるウェーハは、領域[P_V]及び領域[P_I]の双方からなる。

【0032】<比較例15>酸素濃度が $1.4 \sim 1.5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM)であって、第2ヒータを不動作にした以外、実施例1と同じ位置である図6のライン①に示す部分からシリコンウェーハを切出し、試料とした。この試料となるウェーハは、領域[P_V]及び領域[P_I]の双方からなる。

【0033】<比較評価1>実施例1～8及び比較例1～15のウェーハをそれぞれ湿潤酸素雰囲気下で1200℃、60分間加熱して、OSF顕在化熱処理を行った後、セコエッチングを2分間行った。その結果、すべてのウェーハで表面から20μmの深さにわたって全面OSFフリーであった。また実施例1～8及び比較例1～15のウェーハを窒素雰囲気下、800℃で4時間熱処理した後、引続き1000℃で16時間熱処理した後、混酸によりウェーハ表面を100μmエッチングした後、更にウェーハ表面をライト(Wright)エッチング液で選択エッチングを行い、光学顕微鏡の観察により、ウ

ウェーハ中心部と、ウェーハの半径R（3インチ）の2／3付近、即ちウェーハの中心から2インチ付近の各BMDを測定した。そしてライトエッチングのエッチング深さから体積密度へ換算その体積密度を求めた。これらの

結果を表1に示す。

【0034】

【表1】

	酸素濃度 ($\times 10^{18}/\text{cm}^3$)	第2ヒータによる インゴットの加熱		熱処理後のBMD密度	
		インゴット 温度	維持 時間	領域[Pv] ウェーハ中心部 ($/\text{cm}^3$)	領域[Pi] ウェーハの2/3R ($/\text{cm}^3$)
実施例1	1.4~1.5	600	2	7.0×10^8	2.0×10^8
“ 2	“	“	6	9.0×10^8	3.0×10^8
“ 3	“	“	20	1.0×10^9	7.0×10^8
“ 4	“	“	50	3.0×10^9	1.0×10^9
実施例5	1.4~1.5	500	2	8.0×10^8	1.0×10^8
“ 6	“	“	6	1.0×10^9	1.0×10^8
“ 7	“	“	20	2.0×10^9	9.0×10^8
“ 8	“	“	50	6.0×10^9	1.3×10^9
比較例1	1.4~1.5	1050	2	1.0×10^8	1.7×10^7
“ 2	“	“	6	9.0×10^7	1.5×10^7
“ 3	“	“	20	7.0×10^7	1.0×10^7
比較例4	1.4~1.5	1000	2	7.0×10^8	1.7×10^7
“ 5	“	“	6	6.0×10^8	1.5×10^7
“ 6	“	“	20	6.0×10^8	1.0×10^7
比較例7	1.4~1.5	800	2	7.0×10^8	1.6×10^7
“ 8	“	“	6	6.0×10^8	1.6×10^7
“ 9	“	“	20	5.0×10^8	1.5×10^7
“ 10	“	“	50	5.0×10^8	1.4×10^7
比較例11	1.4~1.5	700	2	7.0×10^8	1.8×10^7
“ 12	“	“	6	7.0×10^8	2.0×10^7
“ 13	“	“	20	8.0×10^8	3.0×10^7
“ 14	“	“	50	9.0×10^8	4.0×10^7
比較例15	1.4~1.5	—	—	7.0×10^8	1.7×10^7

【0035】表1から明らかなように、ウェーハの酸素濃度が $1.4 \sim 1.5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ と比較的高く、領域[Pv]を含むこともあって、第2ヒータで600~500℃で2~50時間加熱した実施例1~8のウェーハについてIG効果があるとされる 1×10^8 個/ cm^3 以上のBMD体積密度を有した。これに対して第2ヒータで700℃以上の高温で加熱した比較例1~14及び第2ヒータを不動作にした比較例15ではウェーハ中心部ではIG効果を有するBMD体積密度が得られたが、ウェーハの2／3Rでは 10^7 個/ cm^3 台のBMD体積密度しか得られず、ウェーハ全面にわたってのIG効果を期待することはできなかった。

【0036】＜実施例9~12＞酸素濃度が $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ （旧ASTM）である以外、実施例1と同様にインゴットを育成した。第2ヒータによるインゴットの加熱を、引上げによりインゴットの温度が900℃まで降下した時点で、表2に示す4通りの条件で行った。実施例1と同じ位置である図6のライン①に示す部分からシリコンウェーハを切出し、試料とした。この試料となるウェーハは、領域[Pv]及び領域[Pi]の双方からなる。

【0037】＜比較例16~33＞実施例9と同様に引上げたインゴットを第2ヒータで加熱しながら表2に示

す18通りの条件で育成した。このインゴットの酸素濃度は $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ （旧ASTM）であり、実施例1と同じ位置である図6のライン①に示す部分から切出し、試料とした。この試料となるウェーハは、領域[Pv]及び領域[Pi]の双方からなる。

【0038】＜比較例34＞酸素濃度が $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ （旧ASTM）であって、第2ヒータを不動作にした以外、実施例1と同じ位置である図6のライン①に示す部分からシリコンウェーハを切出し、試料とした。この試料となるウェーハは、領域[Pv]及び領域[Pi]の双方からなる。

【0039】＜比較評価2＞実施例9~12及び比較例16~34のウェーハを比較評価1と同様にしてOSF顕在化熱処理を行った後、セコエッチングを2分間行った。その結果、すべてのウェーハで表面から20μmの深さにわたって全面OSFフリーであった。また実施例9~12及び比較例16~34のウェーハを比較評価1と同様にしてウェーハ中心部と、ウェーハの半径R（3インチ）の2／3付近の各BMD体積密度を求めた。これらの結果を表2に示す。

【0040】

【表2】

	酸素濃度 ($\times 10^{11}/\text{cm}^3$)	第2ヒータによる インゴットの加熱		熱処理後のBMD密度	
		インゴット 温度	維持 時間	領域[P _V] ウェーハ中心部 ($/\text{cm}^3$)	領域[P _I] ウェーハの2/3R ($/\text{cm}^3$)
実施例9	1.1~1.2	600	20	1.0×10^8	1.0×10^8
〃 10	〃	〃	50	3.0×10^8	1.0×10^8
実施例11	1.1~1.2	500	20	2.0×10^8	1.0×10^8
〃 12	〃	〃	50	7.0×10^8	2.0×10^8
比較例16	1.1~1.2	1050	2	3.0×10^7	2.0×10^6
〃 17	〃	〃	6	1.0×10^7	1.0×10^6
〃 18	〃	〃	20	9.0×10^6	9.0×10^5
比較例19	1.1~1.2	1000	2	2.0×10^7	2.0×10^6
〃 20	〃	〃	6	3.0×10^7	1.0×10^6
〃 21	〃	〃	20	1.0×10^7	8.0×10^6
比較例22	1.1~1.2	800	2	3.0×10^7	2.0×10^6
〃 23	〃	〃	6	4.0×10^7	2.0×10^6
〃 24	〃	〃	20	7.0×10^7	1.0×10^6
〃 25	〃	〃	50	1.0×10^8	9.0×10^5
比較例26	1.1~1.2	700	2	4.0×10^7	3.0×10^6
〃 27	〃	〃	6	5.0×10^7	1.0×10^7
〃 28	〃	〃	20	8.0×10^7	3.0×10^7
〃 29	〃	〃	50	1.0×10^8	4.0×10^7
比較例30	1.1~1.2	600	2	7.0×10^7	4.0×10^6
〃 31	〃	〃	6	8.0×10^7	9.0×10^6
比較例32	1.1~1.2	500	2	6.0×10^7	7.0×10^6
〃 33	〃	〃	6	1.0×10^7	2.0×10^7
比較例34	1.1~1.2	—	—	3.0×10^7	2.0×10^6

【0041】表2から明らかなように、ウェーハが領域[P_V]を含んでいたが、その酸素濃度が $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ と比較的低いこともあって、第2ヒータで600~500℃で20~50時間加熱した実施例9~12のウェーハでしかIG効果があるとされる $1 \times 10^8 \text{ 個/cm}^3$ 以上のBMD体積密度を有さなかった。また第2ヒータで600~500℃で2~6時間又は700℃以上の高温で加熱した比較例16~33及び第2ヒータを不動作にした比較例34ではウェーハの2/3Rで $4 \times 10^7 \text{ 個/cm}^3$ 以下のBMD体積密度しか得られず、ウェーハ全面にわたってのIG効果を期待することはできなかった。

【0042】＜実施例13~17＞酸素濃度が $1.4 \sim 1.5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ （旧ASTM）である以外、実施例1と同様にインゴットを育成した。第2ヒータによるインゴットの加熱を、引上げによりインゴットの温度が900℃まで降下した時点で、表3に示す5通りの条件で行った。図6のライン②に示す部分からシリコンウェーハを切出し、試料とした。この試料となるウェーハは、領域[P_I]のみからなる。

【0043】＜比較例35~51＞実施例13と同様に引上げたインゴットを第2ヒータで加熱しながら表3に

示す17通りの条件で育成した。このインゴットの酸素濃度は $1.4 \sim 1.5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ （旧ASTM）であり、実施例13と同じ位置である図6のライン②に示す部分から切出し、試料とした。この試料となるウェーハは、領域[P_I]のみからなる。

【0044】＜比較例52＞酸素濃度が $1.4 \sim 1.5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ （旧ASTM）であって、第2ヒータを不動作にした以外、実施例13と同じ位置である図6のライン②に示す部分からシリコンウェーハを切出し、試料とした。この試料となるウェーハは、領域[P_I]のみからなる。

【0045】＜比較評価3＞実施例13~17及び比較例35~52のウェーハを比較評価1と同様にしてOSF顕在化熱処理を行った後、セコエッチングを2分間行った。その結果、すべてのウェーハで表面から20μmの深さにわたって全面OSFフリーであった。また実施例13~17及び比較例35~52のウェーハを比較評価1と同様にしてウェーハ中心部と、ウェーハの半径R（3インチ）の2/3付近の各BMD体積密度を求めた。これらの結果を表3に示す。

【0046】

【表3】

	酸素濃度 ($\times 10^{18}/\text{cm}^3$)	第2ヒータによる インゴットの加熱		熱処理後のBMD密度	
		インゴット 温度	維持 時間	領域[P _V] ウェーハ中心部 ($/\text{cm}^3$)	領域[P _I] ウェーハ2/3R ($/\text{cm}^3$)
実施例13	1.4~1.5	600	20	1.0×10^8	1.0×10^8
〃 14	〃	〃	50	4.0×10^8	1.0×10^8
実施例15	1.4~1.5	500	6	1.1×10^8	1.0×10^8
〃 16	〃	〃	20	5.0×10^8	3.0×10^8
〃 17	〃	〃	50	8.0×10^8	6.0×10^8
比較例35	1.4~1.5	1050	2	1.3×10^7	1.0×10^7
〃 36	〃	〃	6	1.3×10^7	1.0×10^7
〃 37	〃	〃	20	1.2×10^7	1.0×10^7
比較例38	1.4~1.5	1000	2	1.3×10^7	1.0×10^7
〃 39	〃	〃	6	1.2×10^7	1.0×10^7
〃 40	〃	〃	20	1.2×10^7	1.0×10^7
比較例41	1.4~1.5	800	2	1.1×10^7	1.0×10^7
〃 42	〃	〃	6	1.0×10^7	1.1×10^7
〃 43	〃	〃	20	1.2×10^7	1.0×10^7
〃 44	〃	〃	50	1.4×10^7	1.2×10^7
比較例45	1.4~1.5	700	2	1.5×10^7	1.3×10^7
〃 46	〃	〃	6	2.0×10^7	1.5×10^7
〃 47	〃	〃	20	3.0×10^7	1.7×10^7
〃 48	〃	〃	50	5.0×10^7	3.0×10^7
比較例49	1.4~1.5	600	2	3.0×10^7	2.0×10^7
〃 50	〃	〃	6	6.0×10^7	4.0×10^7
比較例51	1.4~1.5	500	2	6.0×10^7	4.0×10^7
比較例52	1.4~1.5	—	—	1.4×10^7	1.0×10^7

【0047】表3から明らかなように、領域[P_I]のみからなるウェーハであったが、その酸素濃度が $1.4 \sim 1.5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ と比較的高いこともあって、第2ヒータで600℃で20~50時間又は500℃で6~50時間加熱した実施例13~17のウェーハにおいてIG効果があるとされる 1×10^8 個/ cm^3 以上のBMD体積密度を有した。また第2ヒータで500℃で2時間、600℃で2~6時間又は700℃以上の高温で加熱した比較例35~51及び第2ヒータを不動作にした比較例52ではウェーハの2/3Rで 4×10^7 個/ cm^3 以下のBMD体積密度しか得られず、ウェーハ全面にわたってのIG効果を期待することはできなかった。

【0048】＜実施例18＞酸素濃度が $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM)である以外、実施例1と同様にインゴットを育成した。第2ヒータによるインゴットの加熱を、引上げによりインゴットの温度が900℃まで降下した時点で、表4に示す条件で行った。図6のライン②に示す部分からシリコンウェーハを切出し、試料とした。この試料となるウェーハは、領域[P_I]のみからなる。

【0049】＜比較例53~73＞実施例18と同様に引上げたインゴットを第2ヒータで加熱しながら表4に

示す21通りの条件で育成した。このインゴットの酸素濃度は $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM)であり、実施例18と同じ位置である図6のライン②に示す部分から切出し、試料とした。この試料となるウェーハは、領域[P_I]のみからなる。

【0050】＜比較例74＞酸素濃度が $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM)であって、第2ヒータを不動作にした以外、実施例16と同じ位置である図6のライン②に示す部分からシリコンウェーハを切出し、試料とした。この試料となるウェーハは、領域[P_I]のみからなる。

【0051】＜比較評価4＞実施例18及び比較例53~74のウェーハを比較評価1と同様にしてOSF顕在化熱処理を行った後、セコエッチングを2分間行った。その結果、すべてのウェーハで表面から20μmの深さにわたって全面OSFフリーであった。また実施例18及び比較例53~74のウェーハを比較評価1と同様にしてウェーハ中心部と、ウェーハの半径R (3インチ)の2/3付近の各BMD体積密度を求めた。これらの結果を表4に示す。

【0052】

【表4】

	酸素濃度 ($\times 10^{18}/\text{cm}^3$)	第2ヒータによる インゴットの加熱		熱処理後のBMD密度	
		インゴット 温度	維持 時間	領域[P _V] ウェーハ中心部 ($/\text{cm}^3$)	領域[P _I] ウェーハの2/3R ($/\text{cm}^3$)
実施例18	1.1~1.2	500	50	1.0×10^8	1.0×10^8
比較例53	1.1~1.2	1050	2	1.6×10^8	1.1×10^8
〃 54	〃	〃	6	1.6×10^8	1.2×10^8
〃 55	〃	〃	20	1.5×10^8	1.1×10^8
比較例56	1.1~1.2	1000	2	1.6×10^8	1.1×10^8
〃 57	〃	〃	6	1.5×10^8	1.3×10^8
〃 58	〃	〃	20	1.5×10^8	1.1×10^8
比較例59	1.1~1.2	800	2	1.7×10^8	1.2×10^8
〃 60	〃	〃	6	1.6×10^8	1.1×10^8
〃 61	〃	〃	20	1.4×10^8	1.2×10^8
〃 62	〃	〃	50	1.5×10^8	1.3×10^8
比較例63	1.1~1.2	700	2	1.7×10^7	1.3×10^7
〃 64	〃	〃	6	2.0×10^7	1.4×10^7
〃 65	〃	〃	20	3.0×10^7	1.7×10^7
〃 66	〃	〃	50	5.0×10^7	3.0×10^7
比較例67	1.1~1.2	600	2	3.0×10^8	2.0×10^8
〃 68	〃	〃	6	6.0×10^8	4.0×10^8
〃 69	〃	〃	20	9.0×10^8	7.0×10^8
〃 70	〃	〃	50	1.2×10^7	9.0×10^8
比較例71	1.1~1.2	500	2	8.0×10^8	6.0×10^8
〃 72	〃	〃	6	3.0×10^7	2.0×10^7
〃 73	〃	〃	20	7.0×10^7	5.0×10^7
比較例74	1.1~1.2	—	—	1.7×10^8	1.2×10^8

【0053】表4から明らかなように、ウェーハの酸素濃度が $1.1 \sim 1.2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ と比較的低く、また領域[P_I]のみからなることもあって、第2ヒータで500℃で50時間加熱した実施例18のウェーハでしかIG効果があるとされる 1×10^8 個/cm³以上のBMD体積密度を有さなかった。また第2ヒータで500℃で2~20時間、600℃で2~50時間又は700℃以上の高温で加熱した比較例53

【0054】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、領域[P_V]及び領域[P_I]の双方からなるインゴットであっても、領域[P_I]のみからなるインゴットであっても、酸素濃度が $1.1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ (旧ASTM) 以上であるシリコン単結晶インゴットを引上げによりその温度が1000~600℃の温度範囲内の所定温度まで降下した時点でインゴットを加熱して所定の温度で所定の時間維持することにより、点欠陥の凝集体が存在しないことに加えて、インゴットの状態

【図面の簡単な説明】

【図1】A ボロンコフの理論に基づいた、V/G比が臨界点以上では空孔豊富インゴットが形成され、V/G比が臨界点以下では格子間シリコン豊富インゴットが形成されることを示す図。B インゴットをN₂雰囲気下、1000℃、40時間熱処理した後のX線トポグラフによる概念図。C 引上げ直後(as-grownの状態)のインゴットをセコエッチングしたときの結晶の欠陥分布図。D インゴットを湿潤O₂雰囲気下熱処理した後セコエッチングしたときの結晶の欠陥分布図。E インゴットの引上げ速度の変化状況を示す図。

【図2】本発明実施形態及び実施例1のシリコン単結晶引上げ装置を示す断面構成図。

【図3】その引上げ装置の冷却筒体を含む要部斜視図。

【図4】その引上げ装置により引上げ中のシリコン単結晶インゴットの等温面を示す断面構成図。

【図5】第2ヒータの作動及び不作動に伴うシリコン融液液面からの距離に応じたインゴットの温度変化状況を示す図。

【図6】図1Bに対応する図。

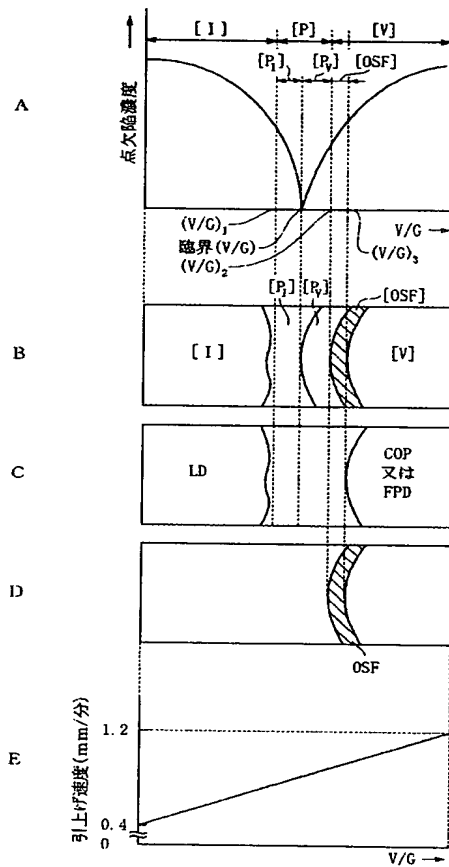
【符号の説明】

- 10 引上げ装置
- 11 チャンバ
- 12 シリコン融液
- 13 石英るつぼ
- 18 第1ヒータ
- 24 シリコン単結晶インゴット
- 26 熱遮蔽部材

21

- 31 第1放熱抑制部材
32 第2放熱抑制部材
34 冷却筒体

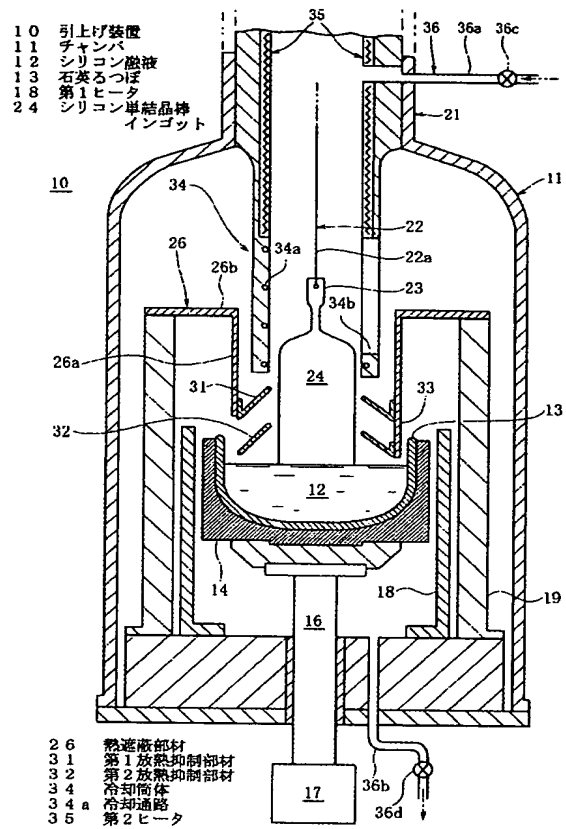
【図1】



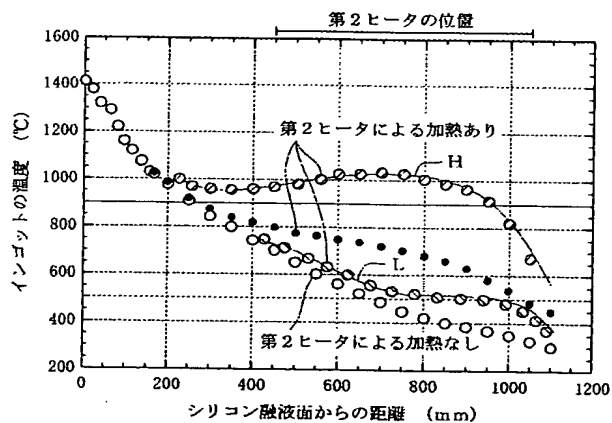
22

- 34a 冷却通路
35 第2ヒータ

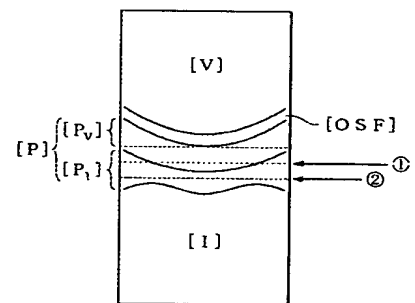
【図2】



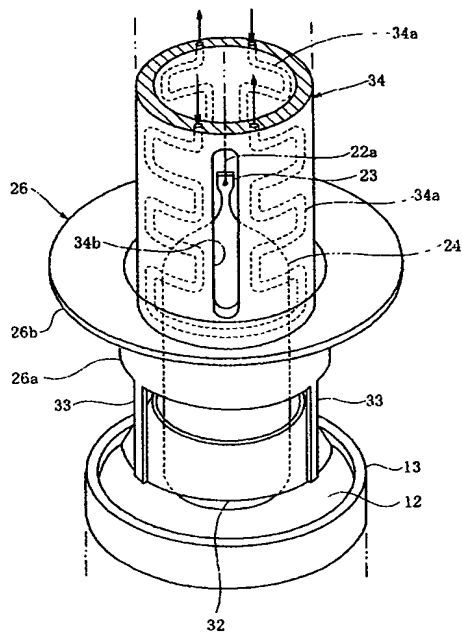
【図5】



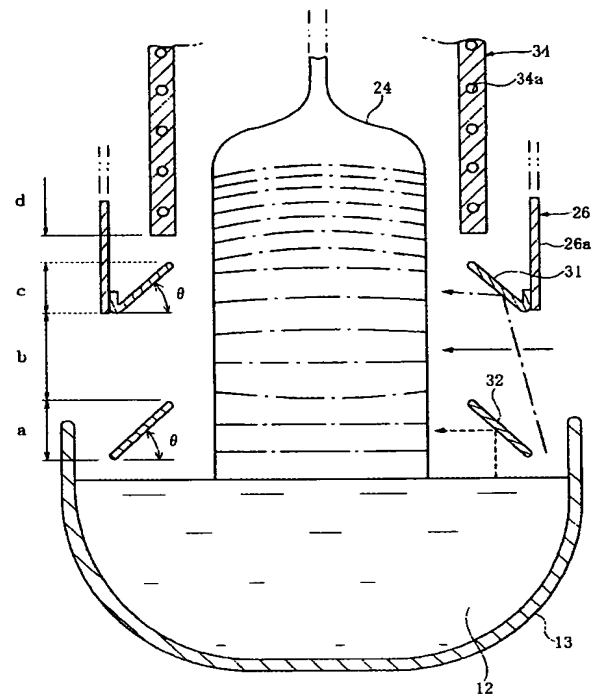
【図6】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 中田 裕二
埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱
マテリアル株式会社シリコン研究センター
内

Fターム(参考) 4G077 AA02 AB01 BA04 CF10 EG20
FE11 FE18 HA12
5F053 AA12 AA50 BB58 DD01 FF04
GG01 HH04 RR03